

## JP63142258

Publication Title:

HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPH APPARATUS.

Abstract:

Abstract of JP63142258

**PURPOSE:**To keep a base line constant while achieving the simplification of flow passage constitution by bringing an analytical flow passage to one system, by providing a heating device to the outer periphery of the pipeline connecting the discharge end of a column and the flow cell of a spectrometer.  
**CONSTITUTION:**The component discharged from a column 2 is carried to a pipe 5 by a mobile phase to flow in a heating device 1. This inflow specimen mobile phase liquid containing the separated component receives the heat from a heater 7 through a metal layer 5a and the pipe 5 to be heated to definite temp to flow in a flow cell 3a. The mobile phase liquid discharged from the column 2 before the specimen component is discharged is heated to the definite temp. by the heater 7 to flow in the flow cell 3a which is, in turn, preheated to determined definite temp. Therefore, absorbancy is measured without generating the change in liquid temp. even when the mobile phase liquid flows in and a detection signal relying only on absorbance based on the concn. of the specimen component is generated. By this method, a base line can be kept constant.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

-----  
Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-142258

⑪ Int.Cl.<sup>4</sup>G 01 N 30/30  
21/27  
30/74

識別記号

庁内整理番号

7621-2G  
Z-7458-2G  
A-7621-2G

⑬ 公開 昭和63年(1988)6月14日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 高速液体クロマトグラフ装置

⑮ 特 願 昭61-289957

⑯ 出 願 昭61(1986)12月4日

⑰ 発 明 者 中 本 晃 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所三条工場内

⑱ 出 願 人 株式会社島津製作所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

⑲ 代 理 人 弁理士 西川 慶治 外1名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

高速液体クロマトグラフ装置

## 2. 特許請求の範囲

分析用カラムと光度計の吸光度検出器を接続するパイプの外周に加熱手段を配設してなる高速液体クロマトグラフ装置。

## 3. 発明の詳細な説明

(技術分野)

本発明は、高速液体クロマトグラフ装置、より詳しくは移動相送液ポンプの脈動による影響を防止する技術に関する。

(従来技術)

吸光光度計や蛍光光度計を検出手段に使用する高速液体クロマトグラフ装置にあっては、光度計を構成しているフローセルが光源部からの熱の影響を受けて高い温度状態にあるため、カラムから排出された試料は、室温の影響を受けたのち、フローセルで一旦昇温されてから吸光度を検出されることになる。

ところで、高速液体クロマトグラフ装置においては、通常、移動相の送液にはプランジャタイプの往復動ポンプが使用されているため、移動相の流れに脈動を含んでおり、このためフローセルを流れる試料の温度も脈動に相関して変動し、シュリーレン効果に起因するベースラインの変動を来すという問題がある。

このような問題を解消するため、カラム排出端部とフローセルの間に比較的長いパイプを接続し、このパイプをセルの外周に巻回することにより移動相液を熱平衡させてからフローセルに流入させることが行なわれていた。これによれば、ポンプの脈動に関わりなく試料の温度を一定に維持することが可能となる反面、カラムと検出器との流路長が大きくなるため、ピークが鈍化して測定結果に誤差を生じるという問題がある。また移動相に使用される溶媒によっては、検出波長が短波長側になる程、温度の変化により吸光度が変化するため、室温変化によって検出ラインのドリフトが大きくなるという問題があり、さらには蛍光を

検出するものにあつては、試料の蛍光強度が温度によって大きく変化するものがある、室温変化の影響を受けて検出感度の変動するという問題もある。

上述のような問題を解消するため、移動相送液ポンプの吐出端に分岐管を接続して、一方をカラムやフローセルを含む分析系に、また他方を第2のフローセルに接続して、両セルの差分を検出信号としてベースラインの変動を相殺するようにした装置も提案されているが、2つの流路系を必要として構造が複雑化するばかりでなく、分岐管に接続されている負荷が異なるため、カラムへの移動相液の流量設定が困難になるという不都合があった。

#### (目的)

本発明はこのような問題に鑑みてなされたものであって、その目的とするところは分析流路を1系統として流路構成の簡素化を図りつつ、ベースラインを一定に保持することができる高速液体クロマトグラフを提供することにある。

介してカラム2に接続する移動相送液ポンプを示している。

この実施例において、分析を開始すべく移動相液を流した状態で試料を注入すると、試料は、移動相液に運ばれてカラム2により成分毎に分離され、成分毎に定まるリテンション時間をもってカラム2から排出される。カラム2から排出された成分は、移動相によってパイプ5を運ばれて加熱装置1に流入する。この流入した分離成分を含む試料移動相液は、金属層5a、及びパイプ5を介してヒータ7からの熱を受けて一定温度に加熱された後、フローセル3aに流入する。一方、試料成分排出までの間にカラムから排出された移動相液は、ヒータ7により一定温度に加熱されてフローセルに流入してフローセル3aを定められた一定温度に予め昇温させている。

このため、成分を含む移動相液が流入しても液温度に変動を生じることなく、吸光度の測定が行なわれ、試料成分の濃度に基づく吸光度だけに依存した検出信号を生じさせることになる。

#### (発明の概要)

すなわち、本発明が特徴とするところは、分光光度計検出器の流入側に加熱手段を配設し、カラムからの排出液を一定温度に制御するようにした点にある。

#### (実施例)

そこで以下に本発明の詳細を図示した実施例に基づいて説明する。

第1図は本発明の一実施例を示したものであって、図中符号1は、本発明が特徴部分とする加熱装置で、一端が分析用カラム2の排出口に、他端が分光光度計検出器3のフローセル3aにジョイント4により接続するパイプ5に錫等の金属層5aを形成して外周をモールドし、これを断熱材からなるケース6により囲繞するとともに、ここにヒータ7と温度検出器8を収容して構成されている。9は、温度制御回路で、パイプ5の温度をフローセル3a、及びカラムオープン12の温度より高目の一定の値に維持するように構成されている。なお、図中符号10は、試料注入器11を

なお、この実施例においては吸光光度計について説明したが、蛍光光度計等の他の光度計に適用しても同様の作用を奏することは明らかである。

#### (効果)

以上、説明したように本発明によれば、カラム排出端と光度計のフローセルを接続する管路の外周に加熱手段を配置するとともに、これの温度をフローセル及びカラムオープンの動作温度より高目の一定温度となるように制御したので、送液ポンプの脈動に関わりなく一定温度の試料を光度計に流すことができ、ベースラインを一定レベルに維持させることができるばかりでなく、試料を積極的に加熱する関係上、カラムと検出器とを接続するパイプを可及的に短くすることが可能となってピークの鈍化を少なくすることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

図は本発明の一実施例を示す装置の構成図である。

- |           |            |
|-----------|------------|
| 1 ……加熱装置  | 2 ……カラム    |
| 3 ……吸光光度計 | 3a ……フローセル |

5 ……パイプ      5a ……金属層  
7 ……ヒータ      8 ……温度検出器  
12 ……カラムオープン

出願人 株式会社 島津製作所  
代理人 弁理士 西川 慶治  
同 木村 勝彦

